



PATENTSCHRIFT

1 233 609

Int. Cl.: C 22 f

Deutsche Kl.: 40 d - 1/10

Nummer: 1 233 609

Aktenzeichen: R 31916 VI a/40 d

Anmeldetag: 19. Januar 1962

Auslegetag: 2. Februar 1967

Ausgabetag: 10. August 1967

Patentschrift stimmt mit der Auslegeschrift überein

1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Wärmebehandlung einer Nickel-Chrom-Legierung, welche härtende Elemente enthält und die sich zum Einsatz unter hohen Spannungen und hohen Temperaturen eignet.

Derartige Nickel-Chrom-Legierungen, wie sie beispielsweise für die Herstellung von Gasturbinen verwendet werden, wurden bisher einer Wärmebehandlung unterzogen, die folgende Stufen umfaßt:

- a) Die Legierung wird während einer bestimmten Zeit auf eine bestimmte hohe Temperatur erwärmt; dies wird gewöhnlich als »Lösungsglühen« bezeichnet und hat den Zweck, die härtenden Elemente weitgehend oder vollständig in eine feste Lösung zu überführen, in welcher sie gleichmäßig dispergiert sind;
- b) die Legierung wird genügend schnell, daß die Festlösung aufrechterhalten bleibt, auf Lufttemperatur abgekühlt. Die verhältnismäßig schnelle Kühlung wird normalerweise durch Abschrecken mit Wasser oder Öl oder durch Luftkühlung von der Lösungsglühtemperatur durchgeführt. Die derart gekühlte Legierung ist metastabil und weich;
- c) die Legierung wird sodann auf eine unter der Lösungsglühtemperatur liegende Temperatur wiedererwärmt. Dies wird gewöhnlich als »Aushärten« oder »Anlassen« bezeichnet und bewirkt die Ausscheidungshärtung der Legierung. Dies läßt sich, je nach der Legierung, bei einer oder mehreren festen Temperatur(en) durchführen, die nur durch Versuche und durch physikalische und mechanische Prüfungen festgestellt werden können.

Mit zunehmender Nachfrage nach Nickellegierungen, die ihre Festigkeit bei sehr hohen Temperaturen beibehalten, ist auch der Prozentgehalt der in der Legierung zur Erzielung der gewünschten Festigkeitseigenschaften verwendeten härtenden Elemente gestiegen. Zwar sind geeignete hochfeste Nickellegierungen entwickelt worden; die mechanische Festigkeit dieser Legierungen konnte jedoch nur auf Kosten der Duktilität und insbesondere auf Kosten ihrer Schlagbiegezugfähigkeit während langer Zeiträume bei Betriebstemperaturen erzielt werden.

Durch die vorliegende Erfindung soll eine hochwarmfeste Nickellegierung geschaffen werden, welche die erwähnten Nachteile der bekannten Legierungen dieser Art nicht aufweist, d. h., die bei gleich guten

Verfahren zur Wärmebehandlung einer aushärtbaren Nickel-Chrom-Legierung

Patentiert für:

Rolls-Royce Limited,
Derby, Derbyshire (Großbritannien)

Vertreter:

Dipl.-Ing. C. Wallach, Patentanwalt,
München 2, Kaufingerstr. 8

Als Erfinder benannt:

Jack Raymond Bird, Chellaston, Derby;
Marcus Alan Wheeler,
Darley Abbey, Derby (Großbritannien)

Beanspruchte Priorität:

Großbritannien vom 24. Januar 1961 (2829) --

2

oder sogar verbesserten allgemeinen Warmfestigkeitseigenschaften eine wesentlich höhere Duktilität und Schlagbiegezugfähigkeit als die bekannten warmfesten Legierungen dieser Art besitzt und insbesondere auch über lange Beanspruchungszeiten bei hohen Temperaturen stabilisiert werden kann, derart, daß die erwähnten Eigenschaften (allgemein gute Warmfestigkeit, hohe Duktilität und Schlagbiegezugfähigkeit) auch über längere Betriebsdauern hinweg nicht nennenswert beeinträchtigt werden.

Die Erfindung beruht auf der überraschenden Entdeckung, daß sich dies durch eine besondere Wärmebehandlung erzielen läßt; es wurde nämlich festgestellt, daß die Sprödigkeit der bekannten hochwarmfesten Legierungen weitgehend auf die Abwanderung der überschüssigen Ausscheidung oder der intermetallischen Verbindungen während der Aushärtung in die Korngrenzen der Legierung zurückzuführen ist. Durch die Erfindung soll diese die Sprödigkeit verursachende Abwanderung verhindert oder weitgehend vermindert werden.

3
Im einzelnen betriebsmäßig erfundene Verfahren zur Wärmebehandlung einer Nickel-Chrom-Legierung, bestehend aus

0,1 bis 9,0% Aluminium,
0,1 bis 6,5% Titan,
0 bis 30% Kobalt,
5 bis 30% Chrom,
0 bis 15% Molybdän,
0 bis 15% Wolfram,
0 bis 7% Niob,
0 bis 8% Hafnium,
0 bis 5% Tantal,
0 bis 6% Vanadium,
0 bis 0,3% Bor,
0 bis 1,2% Zirkonium,
0,01 bis 0,3% Kohlenstoff,
0 bis 1,0% Mangan,
0 bis 1,5% Silizium,
0 bis 5,0% Eisen,
0 bis 0,5% Beryllium,
0 bis 0,15% Stickstoff,
0 bis 0,9% Kupfer,
0 bis 0,2% seltene Erdmetalle,
maximal 0,01% Schwefel,
maximal 0,02% Phosphor,
maximal 0,08% Kalzium,
maximal 0,15% Magnesium,

Rest Nickel einschließlich Verunreinigungen, mit der Maßgabe, daß der Nickelgehalt wenigstens 35% beträgt, daß Aluminium und Titan zusammen wenigstens in einer Menge von 5% vorliegen, und daß über 1% Molybdän und/oder andere Härteelemente innerhalb der oben angegebenen Höchstgehalte vorhanden sind, wobei diese Legierung einem Lösungsglühen bei einer Temperatur im Bereich von 1150 bis 1250° C während einer zur Erzielung einer gesättigten festen Lösung ausreichenden Zeitdauer unterworfen wird, sodann von der Temperatur des Lösungsglühens auf eine vorgegebene Temperatur im Bereich von 800 bis 1100° C abgekühlt, und schließlich von dieser vorgegebenen Temperatur weiter abgekühlt wird.

Zur Erzielung der gewünschten Kombination von Eigenschaften (hohe allgemeine Warmfestigkeit, gute Duktilität und Schlagbiegezugigkeit) und zur Stabilisierung dieser vorteilhaften Eigenschaften über längere Beanspruchungszeiten hinweg ist gemäß der Erfindung vorgesehen, daß die Abkühlung auf die vorgegebene Temperatur mit einer Geschwindigkeit von 0,5 bis 5° C/min vorgenommen wird, derart, daß nur eine geringfügige oder gar keine Abwanderung der überschüssigen Ausscheidung oder der intermetallischen Verbindungen in die Korngrenzen der Legierung stattfindet.

Aus der USA.-Patentschrift 2 766 156 ist an sich bereits ein Wärmebehandlungsverfahren für vergleichbare Nickellegierungen bekannt, das nach einer anfänglichen Lösungsbehandlung bei einer Temperatur von 1150 bis 1250° C eine nachfolgende weitere Wärmebehandlung bei einer vorgegebenen Zwischentemperatur im Bereich von 1000 bis 1100° C vorsieht. Abgesehen davon, daß dieses bekannte Wärme-

4
behandlungsfahren nicht von der spezifischen Aufgabenstellung der vorliegenden Erfindung ausgeht, ist bei dem bekannten Verfahren, soweit überhaupt Angaben über die Art der Überführung der behandelten Legierung von der anfänglichen Lösungsbehandlungstemperatur auf die vorgegebene Zwischentemperatur gemacht werden, eine verhältnismäßig schnelle und abrupte Abkühlung zwischen diesen beiden Temperaturen vorgesehen. Demgegenüber besteht der wesentliche Grundgedanke der vorliegenden Erfindung in einer langsamen, gesteuerten Abkühlung von der Lösungsbehandlungstemperatur auf die vorgegebene Zwischentemperatur. Nur bei einer derartigen langsamen Abkühlung gemäß der Erfindung (mit einer innerhalb des erwähnten Bereichs liegenden Abkühlgeschwindigkeit) auf die vorgegebene Zwischentemperatur wird die Auswanderung der überschüssigen Ausfällung sowie von Intermetallverbindungen an die Kristallgrenzen, wie sie für die Sprödigkeit der bekannten hochwarmfesten Legierungen als ursächlich erkannt wurden, mit Sicherheit vermieden bzw. weitgehend herabgesetzt werden.

Gemäß einer vorteilhaften Ausführungsform der Erfindung ist vorgesehen, daß die vorgegebene Temperatur im Bereich zwischen 1000 und 1100° C liegt.

Vorzugsweise wird die Legierung von der Temperatur der Lösungsbehandlung mit einer Kühlgeschwindigkeit von etwa 2° C/min auf 1000° C abgekühlt. Von dieser vorgegebenen Temperatur wird die Legierung vorzugsweise schnell abgekühlt, jedoch kann gegebenenfalls auch eine langsame Abkühlung vorgesehen werden.

Die Legierung kann durch Erwärmung auf eine Temperatur im Bereich von 980 bis 1060° C angelassen werden; vorzugsweise wird die Legierung jedoch nach der Erwärmung auf die Lösungsglüh-temperatur und der nachfolgenden Abkühlung wiederum auf eine Temperatur im Bereich von 750 bis 930° C, vorzugsweise im Bereich von 870 bis etwa 900° C, wieder erwärmt. Alternativ kann das Anlassen auch wegfallen.

Beispiel 1

Eine Legierung, im folgenden »Legierung A«, mit der folgenden Zusammensetzung in Gewichtsprozent wurde hergestellt:

15,0% Chrom,
4,0% Titan,
5,0% Aluminium,
15,0% Kobalt,
0,06% Mangan,
0,60% Silizium,
4,0% Molybdän,
0,65% Eisen,
0,20% Zirkonium,
0,18% Kohlenstoff,
0,015% Bor,
0,003% Schwefel,

Rest Nickel einschließlich der Desoxydationsmittel und Verunreinigungen.

Diese Legierung wurde 1½ Stunden bei 1190° C lösungsgeglüht und langsam mit 2° C/min von 1190 auf 1000° C abgekühlt.

Dann wurde die Legierung schnell an der Luft mit einer Geschwindigkeit von etwa 50° C/min auf die Temperatur der Umgebungsluft gekühlt.

Die Legierung wurde dann auf 890° C wieder erhitzt, 10 Stunden auf dieser Temperatur gehalten und dann luftgekühlt.

Die wichtigste Zeitspanne der langsamen Kühlung ist die von der Lösungsglüh-temperatur auf 1090° C, unterhalb welcher Grenze die Kühlungsgeschwindigkeit gesteigert werden kann.

Beispiel 2

Um die Wirkung der erfindungsgemäßen Wärmebehandlung zu erläutern, wurde die Legierung A einer normalen Wärmebehandlung unterzogen, bei welcher die Legierung unmittelbar von der Lösungsglüh-temperatur von 1190° C auf die Umgebungsluft-temperatur schnell luftgekühlt wurde, 10 Stunden bei 1050° C angelassen und schließlich luftgekühlt wurde.

Die Ergebnisse dieser beiden Wärmebehandlungen sind in der folgenden Tabelle zusammengefaßt.

| Wärmebehandlung | Beispiel 1 | Beispiel 2 |
|--|------------------|-----------------|
| Zugfestigkeit (kg/mm ²) | 122,8 bis 125,9 | 108,6 bis 110,2 |
| Dehnung (%) | 17 bis 33 | 8 bis 10 |
| Schlagbiege Zähigkeit* (kgm) | 11 bis 18 | 1,38 |
| Biegungswinkel (Grad) für Normstab nach 4 Stunden bei 980° C | 90 (ungebrochen) | 5 |
| Standzeit (Stunden) unter 7,1 t Belastung bei 980° C | 100 bis 170 | 100 bis 180 |

* Gemessen mit einem ungekerbten Charpy-Rundstab von 7,2 mm Durchmesser.

In den Zeichnungen stellen die Fig. 1 und 2 Gefügeaufnahmen der Legierung A nach Beispiel 2 bzw. nach Beispiel 1 dar.

Wie aus Fig. 1 zu ersehen, sind die Korngrenzen klar markiert, da überschüssige Ausscheidungen und intermetallische Verbindungen in die Korngrenzen abwandern. Wenn die Wärmebehandlung eine langsame Kühlungsstufe umfaßt, sind, wie Fig. 2 zeigt, diese Korngrenzen kaum sichtbar, da wenig oder keine solche Abwanderung von überschüssiger Ausscheidung oder intermetallischen Verbindungen in die Korngrenzen stattfindet.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Wärmebehandlung einer Nickel-Chrom-Legierung, bestehend aus

- 0,1 bis 9,0% Aluminium,
- 0,1 bis 6,5% Titan,
- 0 bis 30% Kobalt,
- 5 bis 30% Chrom,
- 0 bis 15% Molybdän,
- × 0 bis 15% Wolfram,
- × 0 bis 7% Niob,
- 0 bis 8% Hafnium,
- × 0 bis 5% Tantal,
- 0 bis 6% Vanadium,
- 0 bis 0,3% Bor,
- 0 bis 1,2% Zirkonium,
- 0,01 bis 0,3% Kohlenstoff,
- 0 bis 1,0% Mangan,
- 0 bis 1,5% Silizium,
- 0 bis 5,0% Eisen,

- ^ 0 bis 0,5% Beryllium,
- × 0 bis 0,15% Stickstoff,
- 0 bis 0,9% Kupfer,
- 0 bis 0,2% seltene Erdmetalle,
- maximal 0,01% Schwefel,
- maximal 0,02% Phosphor,
- maximal 0,08% Kalzium,
- maximal 0,15% Magnesium,

Rest Nickel einschließlich Verunreinigungen, mit der Maßgabe, daß der Nickelgehalt wenigstens 35% beträgt, daß Aluminium und Titan zusammen wenigstens in einer Menge von 5% vorliegen, und daß über 1% Molybdän und/oder andere Härteelemente innerhalb der oben angegebenen Höchstgehalte vorhanden sind, wobei diese Legierung einem Lösungsglüh bei einer Temperatur im Bereich von 1150 bis 1250° C während einer zur Erzielung einer gesättigten festen Lösung ausreichenden Zeitdauer unterworfen wird, sodann von der Temperatur des Lösungsglühens auf eine vorgegebene Temperatur im Bereich von 800 bis 1100° C abgekühlt, und schließlich von dieser vorgegebenen Temperatur weiter abgekühlt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Abkühlung auf die vorgegebene Temperatur mit einer Geschwindigkeit von 0,5 bis 5° C/min vorgenommen wird, derart, daß nur eine geringfügige oder gar keine Abwanderung der überschüssigen Ausscheidung oder der intermetallischen Verbindungen in die Korngrenzen der Legierung stattfindet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die vorgegebene Temperatur im Bereich zwischen 1000 und 1100° C liegt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Legierung von der vorgegebenen Temperatur rasch auf Zimmertemperatur abgekühlt wird.

4. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Legierung durch Erwärmen auf

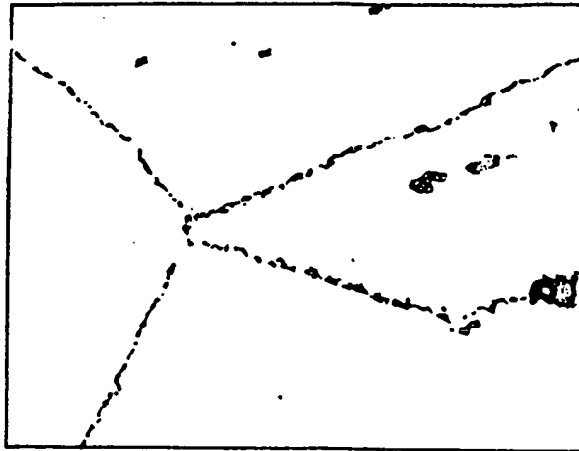
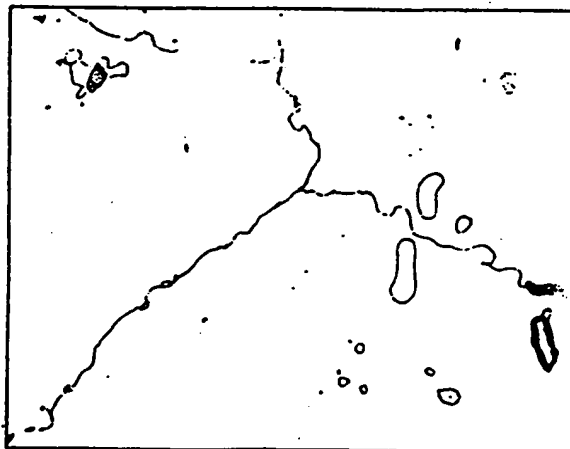
eine Temperatur im Bereich von 980 bis 1060° C angelassen wird.

In Betracht gezogene Druckschriften:
Schweizerische Patentschrift Nr. 257 800;
USA.-Patentschrift Nr. 2 766 156.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

1060° C

Nummer: 1 233 609
Int. Cl.: C 22 f
Deutsche Kl.: 40 d - 1/10
Auslegetag: 2. Februar 1967

Fig. 1Fig. 2

1060° C

Nummer:

1 233 609

Int. Cl.:

C 22 f

Deutsche Kl.:

40 d - 1/10

Auslegungstag:

2. Februar 1967

Fig. 1

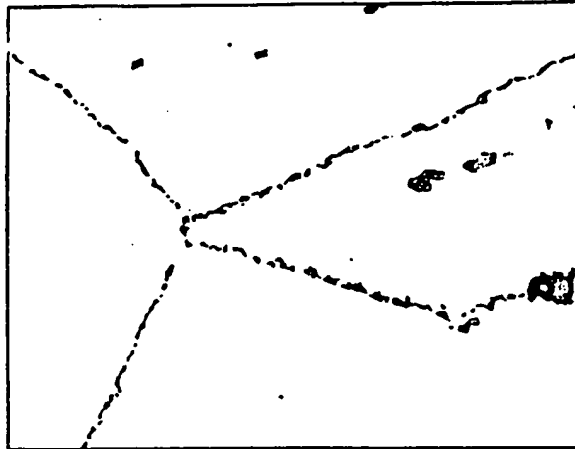
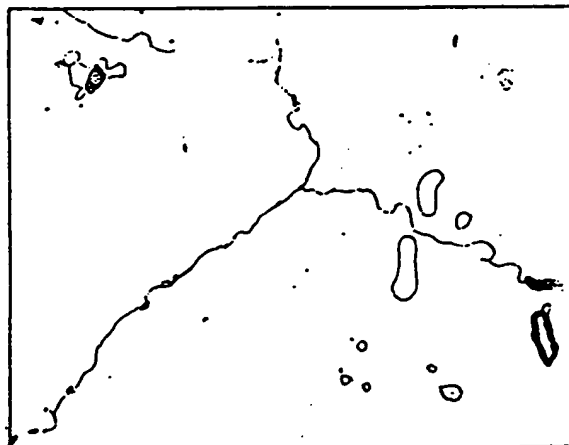


Fig. 2



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.